PCT WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6:

C07C 67/03, 69/52, B01J 19/00

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 99/26913

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:

3. Juni 1999 (03.06.99)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/AT98/00284

(22) Internationales Anmeldedatum:

23. November 1998

(23.11.98)

A1

(30) Prioritätsdaten:

A 1990/97 A 1807/98 24. November 1997 (24.11.97) ΑT

30. Oktober 1998 (30.10.98) AT

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): EN-ERGEA HANDELSGMBH [AT/AT]; Wipplingerstrasse 31, A-1010 Wien (AT).

(72) Erfinder: und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): ERGÜN, Nurhan [AT/AT]; Wipplingerstrasse 31, A-1010 Wien (AT). PANNING, Peter [AT/AT]; Hauptstrasse 21, A-7033 Pottsching (AT).

(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CU, CZ, EE, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SD, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

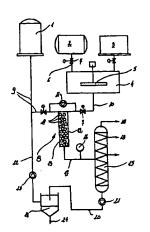
Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING FATTY ACID METHYL ESTER AND EQUIPMENT FOR REALISING THE SAME

ANLAGE ZUR VON FETTSÄUREMETHYLESTER UND (54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG DURCHFÜHRUNG DES VERFAHRENS

#### (57) Abstract

The present invention relates to a method and an equipment for producing fatty acid methyl ester, more particularly diesel fuel for vehicles, wherein said method allows for a rational production in economical equipment, preferably in large-scale industrial equipment. A container (1) contains saturated and unsaturated higher fatty substances from vegetal and/or animal origin. A tank (2) is provided for a potent alkaline solution, particularly a potassium solution, while another tank (3) is provided for the alcohol, particularly for methanol. The alkaline solution is dissolved in the alcohol and this operation is carried out in a mixing vessel (4). The container (1) containing the fatty substances and the mixing vessel (4) are connected at the transesterification section (8). The reaction or transesterification section (8) comprises a static mixer (12) that creates a whirlpool in the liquid due to the action of high or powerful turbulence. The phase separation surfaces are thus substantially increased so that chemical balance can be achieved more rapidly. The liquid which is at the chemical balance state is then supplied to a distillation unit (15). The target substances, such as the fatty acid methyl ester, are correspondingly removed from the stages (18) of the distillation unit (15). This invention enables for the first time the production of diesel fuel such as eco-diesel or bio-diesel in ecologically optimal conditions of production while maintaining all the advantages thereof.



#### (57) Zusammenfassung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Anlage zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere von Dieselkraftstoff für Fahrzeuge, zu schaffen, das eine rationelle Herstellung in einer wirtschaftlich vertretbaren Anlage, vorzugsweise in einer industriellen Großanlage, erlaubt. Der Behälter (1) beinhaltet höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs. Ferner ist ein Vorratsbehälter (2) für eine starke Lauge, insbesondere für eine Kalilauge, und ein weiterer Vorratsbehälter (3) für den Alkohol, insbesondere für Methanol vorgesehen. Die Lauge wird in Alkohol gelöst, wobei dieser Vorgang im Mischbehälter (4) erfolgt. Der Behälter (1) mit den Fetten und der Mischbehälter (4) sind mit der Umesterungsstrecke (8) verbunden. Die Umesterungsbzw. Reaktionsstrecke (8) besteht aus einem Statikmixer (12). Der Statikmixer (12) verwirbelt die Flüssigkeit durch hohe bzw. starke Turbulenzen. Dadurch werden die Phasengrenzflächen sehr stark vergrößert, so daß sich das chemische Gleichgewicht sehr rasch einstellt. Die sich im chemischen Gleichgewicht befindliche Flüssigkeit wird einer Destilliereinrichtung (15) zugeführt. Entsprechend den Stufen (18) der Destilliereinrichtung (15) werden die einzelnen Stoffe, wie eben der Fettsäuremethylester, abgezogen. Mit der Erfindung ist es erstmals möglich, Dieselkraftstoff, sogenannten ÖKO-Diesel oder Biodiesel, mit allen seinen Vorteilen unter optimalen ökologischen Produktionsbedingungen herzustellen.

#### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

2

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

		2 7 -					
AL	Albanien	ES ·	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen -	SK	Slowakei .
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Ascrbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD.	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungam	ML	Mali	TT ·	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neusceland	ZW.	Zimbabwe
CM	Kamerun		Korea	PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	ıc	St. Lucia	· RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	L	Liechtenstein	SD	Sudan		•
DK	Dānemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

# <u>Verfahren zur Herstellung von Fettsäuremethylester und Anlage zur</u> <u>Durchführung des Verfahrens</u>

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere Dieselkraftstoff für Fahrzeuge, wobei höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs mit einer Lösung von starken Laugen, insbesondere Kalilauge, in Alkohol, insbesondere in Methanol, versetzt werden und die beiden Komponenten in einer Reaktionsstrecke durch Emulgierung der Mischung über eine Grenzflächenreaktion, wobei die Fette in Fettsäuremethylester umgeestert werden, ihren chemischen Gleichgewichtszustand erreichen und nach Erreichen des Gleichgewichtszustand die Rückstände, wie Triglyceride, Glycerin, Seife, nicht umgeesterte Fette u. dgl., vom Fettsäuremethylester getrennt werden sowie eine Anlage zur Durchführung des Verfahrens.

15

20

25

30

Derartige Verfahren sind bekannt, wobei die in Alkohol gelöste Lauge mit dem Fett bzw. Öl in einem Rührtank etwa 20 Minuten bis zu einer Stunde gerührt wird. Nach dem Rührvorgang läßt man die Mischung ruhen. Dieser Absetzvorgang dauert etwa 5-8 Stunden. Nach dem Absetzen wird die Glycerinphase abgezogen. Nun wird die Flüssigphase gegebenenfalls wieder mit der Methanol-Kalilauge-Lösung versetzt und der Vorgang des Rührens und Abziehens entsprechend wiederholt. Die umgeesterte Flüssigkeit wird anschließend mit Phosphorsäure, Zitronensäure oder andere Säuren neutralisiert, wobei sich dabei Seife und Kaliumsalze der Säuren absetzen. In manchen Fällen wird es auch mit Wasser gewaschen, wobei das Wasser die Seife, Kalilauge u. dgl. aufnimmt. Diese Phase wird ebenfalls abgezogen. Anschließend können alle erdenklichen Reinigungsschritte durchgeführt werden. Auch der Verfahrensschritt Strippen ist möglich, wobei in einem Waschturm Luft im Gegenstrom zum Ester geführt wird. Als Nachteil dieses Verfahrens, dem ein Niederdruckumesterungsprozeß zugrunde liegt, ist die lange Herstellzeit zu werten. Abgesehen vom Rührvorgang sind in den Absetzphasen lange Stillstandszeiten erforderlich. Darüber hinaus ist auch ein großer

Platzbedarf für die Behälter notwendig. Ebenfalls nachteilig hat sich der große statische Aufwand für die schweren Konstruktionen und Fundamente ausgewirkt.

Ein weiterer Nachteil des bekannten Verfahrens ist darin zu sehen, daß immer eine mehr oder minder große Verschmutzung des Kraftstoffes gegeben ist.

Aus der Literaturstelle in Falbe und Regitz, RÖMPP Chemie Lexikon, 9. erw. Aufl., Bd.2, Georg Thieme Verlag Stuttgart-New York 1990, Seite 1343 ist ein Verfahren zur Herstellung von Fettsäuremethylester bekannt, bei dem nach Absetzung der Glycerin-Lösung in einem Seperator eine Destillation zur Reinigung und gegebenenfalls eine Fraktionierung des Methylesters durchgeführt wird. Ferner kann eine Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit bei der Umesterung durch Temperaturerhöhung sowie durch alkalische oder saure Katalysatoren erreicht werden. Nachteilig bei diesem Verfahren ist, daß durch die Absetzphase im Seperator für die Glycerin-Lösung und auch die Möglichkeit der erhöhten Reaktionsgeschwindigkeit keine nennenswerte Verkürzung der Herstelldauer, wie sie aus dem obigen Stand der Technik bekannt ist, eintritt.

Ferner ist aus der AT-PS 398 777 ein Verfahren zur Reinigung von rohen Pflanzenölestern bekannt, wobei der Pflanzenölester durch alkalische Umesterung erhalten wird. Die Umesterung erfolgt mit Methanol im Überschuß, unter Zugabe von Kaliumhydroxid als Katalysator. Der rohe Pflanzenölester wird mit Wasserdampf behandelt, wobei eine Glycerinphase gebildet wird, die abgezogen wird. Bei diesem Verfahren wird zur Umesterung intensiv gerührt und der ausgetriebene Alkohol kann nach der Rückgewinnung durch eine Destillationskolonne wiederverwertet werden.

25

30

10

15

20

Es sind aber auch Verfahren bekannt, denen ein Hochdruckumesterungsprozeß zugrunde liegt. Dabei erfolgt die Umesterung in einem Autoklaven mit einer relativ kurzen Reaktionszeit. Der Nachteil derartiger Verfahren bzw. Anlagen liegt darin, daß eine wirtschaftliche Herstellung des Fettsäuremethylesters, also beispielsweise eines Dieselkraftstoffes für Fahrzeuge, absolut nicht möglich ist.

Darüber hinaus ist es auch bekannt, den Umesterungsprozeß in zwei Stufen durchzuführen. Dabei ist die quantitative und qualitative Ausbeute sicherlich höher als bei einer Umesterung in einem Arbeitsvorgang, jedoch ist auch hier eine Wirtschaftlichkeit nicht zu erzielen, da hohe Anlage- und Herstellkosten gegeben sind.

5

10

15

20

25

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Anlage zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere von Dieselkraftstoff für Fahrzeuge, zu schaffen, das einerseits die Nachteile der bekannten Verfahren vermeidet und das anderseits eine rationelle Herstellung in einer wirtschaftlich vertretbaren Anlage, vorzugsweise in einer industriellen Großanlage, erlaubt, aber auch Kleinanlagen in die Wirtschaftlichkeit bringt.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke die Phasengrenzflächen der Mischung durch hohe bzw. starke, dynamische Turbulenzen vergrößert werden.

Mit der Erfindung ist es erstmals möglich, Dieselkraftstoff, sogenannten ÖKO-Diesel oder Biodiesel, mit allen seinen Vorteilen unter optimalen ökologischen Produktionsbedingungen herzustellen. Durch die Erfindung werden positive wirtschaftspolitische und ökologische Argumente geschaffen, die anregen, die Rolle von erneuerbarer Energie und Rohstoffen wieder intensiver zu überdenken.

Ein weiterer überraschender Vorteil ergibt sich durch die Erfindung, nämlich auch am Sektor der Abfallbeseitigung bzw. bei der Problemstoffentsorgung. Durch die Erfindung ist es auch möglich Altspeiseöl ökologisch wieder und weiter zu verwerten. Der Einsatz von Altspeiseöl ist beim erfindungsgemäßen Verfahren durch die hohe Reinheit der Endprodukte bedenkenlos möglich.

Mit der vorliegenden Erfindung wird die Möglichkeit geschaffen, die Reaktion durch die Vergrößerung der Grenzflächen und durch dynamische Vorgänge bei der

Umesterung zu beschleunigen. Durch die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen werden praktisch die Tropfen der Flüssigkeitsphasen wirksam verkleinert, wodurch also viel kleinere Tropfen entstehen, somit eine viel größere Oberfläche gegeben ist und das chemische Gleichgewicht schneller erreicht wird. Die Einstellung des Gleichgewichtes beträgt mitunter weniger wie eine Minute. Daraus resultiert eine immense Verkürzung der Herstellzeit. Dieses erfindungsgemäße Verfahren ist jedoch nicht für das sogenannte Absetzverfahren geeignet, da die Absetzzeiten durch die feine Verteilung der Tropfen zu lange dauern würden.

Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch physikalische Kräfte, beispielsweise mechanische Scherkräfte erzeugt. Vorteilhaft ist dabei, daß durch die Scherkräfte, die durchaus mechanisch erzeugt werden können, viel stärkere Turbulenzen gegeben sind, die die Anzahl der Tropfen auf Kosten der Tropfengröße wesentlich erhöhen.

15

25

30

5

Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch einen Spaltemulsionsvorgang erzeugt. Durch die Spalte entsteht eine hohe Strömung der durchtretenden Flüssigkeit, die am Spaltende in hohe Turbulenzen bzw. Verwirbelungen übergeht. Diese Turbulenzen bzw.

20 Verwirbelungen führen zu einer Vergrößerung der Phasengrenzflächen.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch dynamische Emulgierung, beispielsweise über einen Turbulator, erzeugt. Auch in diesem Fall führen die Turbulenzen bzw. Verwirbelungen zu einer Vergrößerung der Phasengrenzflächen der Mischung.

Entsprechend einer weiteren Ausführungsart der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch Kavitationsemulgation erzeugt. Mit diesem Verfahrensschritt ist eine weitere Verkürzung der Reaktionszeit zu erzielen, da diese durch diese Optimierung nur mehr etwa 20 Sekunden beträgt.

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung werden die großen Phasengrenzflächen durch Ultraschall erzeugt. Mit einem Ultraschallgerät können in der Reaktionsstrecke ebenfalls große Grenzflächen erzeugt werden, durch eine weitere Teilung der Tropfen.

- 5 Entsprechend einer Weiterbildung der Erfindung wird die Umesterung unter hohem Druck durchgeführt. Durch den hohen Druck entsteht in den Verengungen der Reaktionsstrecke eine hohe Strömung, die wiederum am Ende der Verengung zu hohen Turbulenzen führt.
- Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung beginnt die Umesterung unter hohem Druck und der Druck wird während der Umesterung abgebaut. Es ist erwiesen, daß die Länge der Reaktionsstrecke um so kürzer gewählt werden kann, je größer der Druckverlust ist. Es ist erwiesen, daß der Druckverlust zugunsten der Vergrößerung der Phasengrenzflächen geht. Vorteilhaft ist dabei, daß der Druck am Beginn der Umesterung bis zu 200 bar betragen kann. Natürlich wird dadurch die Dynamik der
  - Turbulenzen erhöht. Der Druckverlust wird im Laufe der Reaktionsstrecke in

    Grenzflächenvergrößerung und
  - -dynamik verwertet.
- 20 Gemäß einem besonderen Merkmal der Erfindung wird die Trennung der Phasen des Emulgates auf physikalischem Weg durchgeführt. Mit diesem vorteilhaften Verfahrensschritt ist eine Abtrennung der einzelnen Phasen der Mischung zu erreichen, wobei durch die mechanischen Einrichtungen, wie beispielsweise Filtrationsanlagen, die aus dem Stand der Technik bekannte Absetzphase nicht mehr durchgeführt wird und durch rationelle, moderne Industriemethoden ersetzt wird.
  - Nach einer Weiterbildung der Erfindung wird nach der Trennung der Phasen des Emulgates eine Reinigung des Fettsäuremethylesters durchgeführt. Prinzipiell kann durch diesen Verfahrensschritt reiner Fettsäuremethylester erzielt werden.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung wird die Trennung der Phasen des Emulgates unter Ausnützung der Oberflächenkräfte, insbesondere über eine Filtration durchgeführt. Durch diese Art der Trennung der Phasen der Mischung wird eine gute Wirtschaftlichkeit bei einer industriellen Herstellung erzielt.

5

10

Gemäß einer weiteren besonderen Ausgestaltung der Erfindung wird die Trennung der Phasen des Emulgates über eine mehrstufige Filtration durchgeführt. Dabei fällt in der ersten Stufe die Glycerin-Phase und in einer zweiten Stufe die Triglyceride als Retendat an. In einer dritten Stufe wird das Methanol vom Fettsäuremethylester getrennt. Eine derartige Filteranlage wird auch als Cross-flow Filter ausgeführt. Durch diesen vorteilhaften Verfahrensschritt können beliebig viele Stufen durchlaufen und die gewünschte Reinheit erzielt werden. So ist es durchaus denkbar, je nach Fettsäurekette, Sommer- oder Winterdiesel als ÖKO- oder Biodiesel herzustellen.

- Nach einer Weiterbildung der Erfindung werden zur Filtrierung Filter aus der Membrantechnologie, beispielsweise aus dem Ultra- und/oder Nano- und/oder Mikrobereich, eingesetzt. Derartige Filter gewährleisten bei der heutigen Technologie einen einwandfreien Betrieb, wobei auch die Reinigung dieser Filter überaus einfach ist.
- 20 Entsprechend eines besonderen Merkmals der Erfindung werden lipophile und/oder hydrophile und/oder amphotere Filter eingesetzt. In Hinblick auf deren Aufgabe wird die Eigenschaft des Filters ausgewählt.
- Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung wird die Trennung der Phasen des
  Emulgates auf chemischen Weg durchgeführt. Auch ein derartiger Weg ist zur Trennung
  der Phasen vorteilhaft, wobei die aus dem Stand der Technik bekannten Absetzzeiten
  auf den Minutenbereich verkürzt werden.
- Entsprechend einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung wird nach Einstellung des Gleichgewichtes, gegebenenfalls nach der Trennung der Phasen des Emulgates, eine

15

20

25

mehrstufige Destillation durchgeführt. Nach Erreichung des Gleichgewichtes kann direkt eine Destillation durchgeführt werden, wobei auch gleichzeitig Methanol entfernt wird. Es ist aber auch denkbar, die Destillation nach der Filtration durchzuführen.

5 Gemäß einem besonderen Merkmal der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation mindestens eine Vakuumdestillation. Mit diesem vorteilhaften Verfahrensschritt ist eine gezielte Abtrennung der einzelnen Stoffe zu erreichen, wobei durch das Vakuum die Temperaturen, bei denen das Verfahren durchgeführt wird, heruntergesetzt werden können. Prinzipiell kann durch die Destillation reiner Fettsäuremethylester erzielt werden.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine Fallfilmverdampfung. Durch diese Art der Verdampfung wird eine effektivere Auftrennung der abzuscheidenden Stoffe erzielt.

Gemäß einer weiteren besonderen Ausgestaltung der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine Dünnschichtverdampfung. Auch mit dieser Verdampfungsart ist eine gezielte Auftrennung der Stoffe zu erreichen.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation eine fraktionierte Kondensation. Durch diesen vorteilhaften Verfahrensschritt können beliebig viele Stufen durchlaufen und die gewünschte Reinheit erzielt werden. So ist es durchaus denkbar, je nach Fettsäurekette, Sommer- oder Winterdiesel als ÖKO- oder Biodiesel herzustellen.

Gemäß einem weiteren besonderen Merkmal der Erfindung werden die nicht umgeesterten Anteile separiert und vor der Reaktionsstrecke den Fetten wieder

zugeführt. Dadurch wird die Ausbeute an ökologischen Kraftstoff aus den eingesetzten Basisstoffen erhöht.

Die Aufgabe der Erfindung wird aber eigenständig auch durch eine Anlage zur

Durchführung des Verfahrens gelöst. Die erfindungsgemäße Anlage ist dadurch
gekennzeichnet, daß mindestens ein Behälter für die Fette sowie je ein Vorratsbehälter
für die starke Lauge und für den Alkohol bzw. mindestens ein Mischbehälter für deren
Lösung vorgesehen sind und mindestens der Behälter und der Mischbehälter mit der
Reaktionsstrecke verbunden sind und daß der Reaktionsstrecke eine Einrichtung zur

Trennung der Phasen des Emulgates nachgeschaltet ist. Mit dieser erfindungsgemäßen
Anlage ist es erstmals möglich, das erfindungsgemäße Verfahren effizient und mit
einem verschwindend geringen Anteil an Umweltbelastung durchzuführen. Die
erfindungsgemäße Anlage hat den Vorteil, daß sie platzsparend und dadurch
kostengünstig gebaut werden kann. Es ist ein Bau als industrielle Großanlage, die
wirtschaftlich betrieben werden kann, möglich.

Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung besteht die Reaktionsstrecke aus einem Statikmixer. Durch diese Ausgestaltung der Erfindung werden mit einer einfachen Einrichtung hohe bzw. starke dynamische Turbulenzen für die Umesterungsphase erzielt. Dieses Standardgerät hat sich vorteilhaft im Einsatz in der erfindungsgemäßen Anlage bewährt.

20

Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung weist der Statikmixer, vorzugsweise ein mit verschieden großen Kugeln gefülltes Rohr und/oder gegebenenfalls Einbauten,
wie Leitbleche, Propeller, Widerstandskörper, od. dgl. auf. Dieses Gerät ist einfach im Aufbau und dadurch auch wartungsarm im Betrieb. Die Turbulenzen entstehen in erster Linie durch die rasche Strömung der Mischung um die Kugeln.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein dynamischer

Emulgator vorgesehen. Da ja aus der Reaktionsstrecke eine Emulsion austreten soll, das

heißt eine Flüssigkeit die zwei Phasen aufweist, die durch die Braun'sche Molekularbewegung in Schwebe gehalten werden, ist eine derartige Einrichtung bestens geeignet, daß dieses Ziel sehr rasch erreicht wird.

9

Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist der Emulgator ein Spaltemulgator. Diese Einrichtung hat den Vorteil, daß die Spaltbreite und/oder die Spaltlänge entsprechend den Erfordernissen frei gewählt werden kann bzw. können. Dadurch kann auch auf die nach dem Spalt erfolgenden Turbulenzen bzw. Verwirbelungen Einfluß genommen werden.

10

Gemäß einer weiteren Ausführungsvariante der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein Turbulator vorgesehen. Auch mit einem derartigen Gerät kann in vorteilshafterweise eine Vergrößerung der Phasengrenzfläche in kurzer Zeit erzielt werden.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke eine Mischform eines Spaltemulgators und eines Turbulators vorgesehen, die beispielsweise aus zwei sich relativ zueinander bewegender Scheiben besteht und die Zuführung des Emulgates mittig einer Scheibe erfolgt. Der Vorteil einer derartigen Einrichtung ist darin zu sehen, daß eine äußerst kurze Reaktionszeit erreichbar ist.

20

Entsprechend einer weiteren Ausführungsvariante der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein Kavitationsemulgator vorgesehen. Mit dieser Einrichtung ist vorteilhafterweise die kürzeste Reaktionszeit zu erreichen, ohne daß qualitative oder quantitative Einbußen hingenommen werden müssen.

25

Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein Ultraschallgerät vorgesehen. Die Integrierung eines Ultraschallgerätes hat sich als vorteilhaft erwiesen, da damit durch große Grenzflächen die Umesterung gezielt beschleunigt werden kann.

Gemäß einem ganz besonderen Merkmal der Erfindung ist die Einrichtung zum Trennen der Phasen des Emulgates eine Filtrationseinrichtung. Mit dieser vorteilhaften Einrichtung ist eine Abtrennung der einzelnen Phasen der Mischung zu erreichen, wobei durch die mechanischen Einrichtungen die aus dem Stand der Technik bekannte Absetzphase nicht mehr durchgeführt werden muß. Sie wird ersetzt durch Arbeitsgänge, die mit rationellen, modernen und industriellen Einrichtungen, Anlagen bzw. Geräten durchgeführt werden.

5

.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist als Filtrationseinrichtung ein

Oberflächenfilter in Membrantechnologie vorgesehen. Mit einer derartigen Einrichtung werden vorteilshafterweise beste Ergebnisse erzielt und zwar sowohl in qualitativer wie auch in quantitativer Hinsicht.

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung besteht der Oberflächenfilter aus einem porösen Trägerkörper und einer auf diesen Trägerkörper aufgebrachten Schicht, die als Membran wirkt. Mit einem solchem vorteilbehafteten Oberflächenfilter kann die Anlage mit höchster Effizienz und die Energie optimal ausnützend betrieben werden. Der Oberflächenfilter kann natürlich auch als Platte ausgeführt werden.

Nach einer Ausgestaltung der Erfindung ist der Trägerkörper als Rohr ausgebildet. Der Vorteil dieser Ausführung ist darin zu sehen, daß ein kontinuierlicher Verfahrensablauf auch bei unterschiedlichen Zuflußmengen gewährleistet ist.

Entsprechend einer Weiterbildung der Erfindung besteht der Trägerkörper

beispielsweise aus Aluminiumoxid, porösem Glas oder Silikaten. Derartige Materialien sind relativ einfach zu bearbeiten und haben sich im Verfahren bestens bewährt.

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung weist die als Membran wirkende Schicht lipophile und/oder hydrophile und /oder amphotere Eigenschaften auf. Durch

11 PCT/AT98/00284 WO 99/26913

die Wahl dieser Eigenschaften kann bestimmt werden, welche Phase der Mischung durch den Filter durchtritt und welche Phase als Retendat verbleibt.

Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung ist die als Membran wirkende Schicht eine Keramikmembran, die beispielsweise aus Titandioxid, Zirkondioxid, Silizium oder Siliziumverbindungen o. dgl. besteht. Auf dieser Schicht mit den zitierten Materialien bildet sich eine Deckschicht aus Fettsäuremethylester, die beispielsweise die Glycerin-Phase nicht durchtreten läßt. Auf dieser Schicht aus Titandioxid bzw. Zirkondioxid bildet sich keine Glycerinschicht als Deckschicht aus.

10

5

Gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung weist die als Membran wirkende Schicht Poren im Nano- und/oder Mikrobereich, insbesondere mit einer Größe von 1-200 nm, auf. Derartige Porengrößen sind mit den heutigen Technologien herstellbar und haben ausgezeichnete Ergebnisse geliefert.

15

Entsprechend einem weiteren Merkmal der Erfindung ist bzw. umfaßt die Filtrationseinrichtung ein Molekularsiebfilter bzw. eine Molekularsiebmembran. Mit derartigen speziellen Filtern ist überraschenderweise auch eine Trennung der nicht umgeesterten Fette vom Fettsäuremethylester möglich.

20

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist die Filtrationseinrichtung mehrstufig ausgebildet. Entsprechend des gewünschten Reinigungsgrades des Fettsäuremethylesters können mehrere Filter in Serie oder parallel angeordnet werden.

25 Gemäß einem besonderen Merkmal der Erfindung ist der Reaktionsstrecke, gegebenenfalls nach der Einrichtung zur Trennung der Phasen, eine Destilliereinrichtung bestehend aus mindestens einem Verdampfer und einem Kondensator nachgeschaltet. Auch mit dieser erfindungsgemäßen Anlage ist es möglich das erfindungsgemäße Verfahren effizient durchzuführen.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist als Verdampfer ein Fallfilmverdampfer vorgesehen. Ein derartiger Verdampfer hat den Vorteil, daß die zugeführte Wärme optimal ausgenützt wird. Auch ein Verdampfen im Vakuum ist möglich.

- 5 Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist als Verdampfer ein Dünnschichtverdampfer vorgesehen. Auch mit einem derartigen Verdampfer ist ein Verdampfen im Vakuum möglich. Darüber hinaus werden mit einer solchen Einrichtung beste Ergebnisse erzielt.
- Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung ist als Verdampfer ein Rotationsfilmverdampfer vorgesehen. Durch die Zentrifugalkräfte des Rotationsfilmverdampfers ist der Verdampferfilm besonders dünnschichtig, so daß die Anlage mit höchster Effizienz und die Energie optimal ausnützend betrieben werden kann.

Gemäß einer Weiterbildung der Erfindung ist der Destilliereinrichtung eine Scheideeinrichtung nachgeschaltet. Durch den Einsatz einer Scheideeinrichtung können die Rückstände, wie beispielsweise Glycerin einfach erfaßt und die Qualität bestimmt werden. Entsprechend der festgestellten Qualität wird die weitere Vorgangsweise

20

25

30

festgelegt.

Gemäß einer Weiterbildung der Erfindung ist der Einrichtung zum Trennen der Phasen des Emulgates eine Scheideeinrichtung nachgeschaltet. Durch den Einsatz einer Scheideeinrichtung können die Rückstände, wie beispielsweise Glycerin einfach erfaßt und die Qualität bestimmt werden. Entsprechend der festgestellten Qualität wird die weitere Vorgangsweise festgelegt.

Nach einem weiteren Merkmal der Erfindung ist die Scheideeinrichtung mit der Verbindungsleitung vom Behälter der Fette zur Reaktionsstrecke verbunden. Sollte bei der Analyse der in der Scheideeinrichtung befindlichen Stoffe festgestellt werden, daß

13

noch nicht umgeesterte Fette vorhanden sind, werden diese einer weiteren Umesterung unterworfen. Die Ausbeute wird entsprechend erhöht.

- Gemäß einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung ist zum Einbringen der

  Flüssigkeit in die Reaktionsstrecke eine Pumpe, insbesondere eine Hochdruckpumpe
  vorgesehen. Die Integration einer Hochdruckpumpe hat sich vorteilhafterweise deshalb
  bewährt, da die Turbulenzen für die Umesterung eine hohe Dynamik und damit eine
  große Grenzfläche erzielen.
- Nach einer Weiterbildung der Erfindung verdampft das überschüssige Methanol in einem Entspannungsreaktor. Durch diesen Schritt wird der Methylester methanolfrei gemacht.
- Die Erfindung wird an Hand eines in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispieles näher erläutert. Es zeigen:
  - Fig. 1 ein Fließschema des Verfahrensablaufes mit einer Destilliereinrichtung und Fig. 2 ein Fließschema des Verfahrensablaufes mit einer Filtrationseinrichtung.
- 20 Einführend sei festgehalten, daß in der beschriebenen Ausführungsform gleiche Teile bzw. Zustände mit gleichen Bezugszeichen bzw. gleichen Bauteilbezeichnungen versehen werden, wobei die in der gesamten Beschreibung enthaltenen Offenbarungen sinngemäß auf gleiche Teile bzw. Zustände mit gleichen Bezugszeichen bzw. gleichen Bauteilbezeichnungen übertragen werden können. Weiters können auch
- Einzelmerkmale aus dem gezeigten Ausführungsbeispiel für sich eigenständige, erfindungsgemäße Lösungen darstellen.
- Gemäß der Fig. 1 beinhaltet der Behälter 1 höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs. Ferner ist ein Vorratsbehälter 2 für eine starke Lauge, insbesondere für eine Kalilauge, und ein weiterer Vorratsbehälter 3 für

den Alkohol, insbesondere für Methanol vorgesehen. Die Lauge wird in Alkohol gelöst, wobei dieser Vorgang im Mischbehälter 4 erfolgt. Zur Mischung der Lauge im Alkohol ist im Mischbehälter 4 ein Mischer 5 angeordnet. In den Zuleitungen 6 der Vorratsbehälter 2, 3 sind entsprechende Steuerventile 7 vorgesehen. Der Behälter 1 mit den Fetten und der Mischbehälter 4 sind über Verbindungsrohre 9 bzw. 10 mit der Umesterungsstrecke 8 verbunden. In den Verbindungsrohren 9 bzw. 10 sind weitere Steuerventile 7 angeordnet und zum Einbringen der Fette bzw. der Lösung in die Umesterungsstrecke 8 ist eine Hochdruckpumpe 11 vorgesehen.

Die Umesterungs- bzw. Reaktionsstrecke 8 besteht aus einem Statikmixer 12, der in diesem Fall aus einem Rohr13 gebildet ist, das mit verschieden großen Kugeln 14 gefüllt ist. In dem Rohr 13 können auch weitere Einbauten, wie Leitbleche, Propeller, od. dgl. angeordnet sein. Der Statikmixer 12 verwirbelt die vom Dreifachester zum Einfachester umzuesternde Flüssigkeit durch hohe bzw. starke Turbulenzen. Dadurch werden die Phasengrenzflächen sehr stark vergrößert. Dies erfolgt dadurch, daß die Tropfengröße der umzuesternden Flüssigkeit durch die Turbulenzen stark verkleinert werden und so die Oberfläche stark vergrößert wird. Da die Umesterung eine Grenzflächenreaktion ist, wird durch die vergrößerte Oberfläche die Reaktionsgeschwindigkeit entsprechend erhöht, so daß sich das chemische

Um nun die Reaktionszeit noch weiter zu beeinflussen, wird der Prozeßablauf bei bestimmten Temperaturen durchgeführt bzw. beginnt der Prozeßablauf mit hohem Druck, der im Zuge des Prozesses abgebaut wird.

25

Die Vergrößerung der Phasengrenzflächen könnte aber auch über Ultraschall erfolgen. Es ist daher durchaus denkbar, daß die Reaktionsstrecke mit einem Ultraschallgerät versehen wird.

Die sich im chemischen Gleichgewicht befindliche Flüssigkeit wird über eine Leitung 17 einer Destilliereinrichtung 15 zugeführt. Gegebenenfalls kann vor der Destilliereinrichtung 15 in der Leitung 17 eine Einrichtung 16 zur Entfernung von Methanol, beispielsweise ein Fallfilmverdampfer, vorgesehen werden.

5

Die Destilliereinrichtung 15 besteht mindestens aus einem Verdampfer und einem Kondensator, wobei die Destilliereinrichtung 15 als Vakuumdestillation ausgestaltet ist. Entsprechend den Stufen 18 der Destilliereinrichtung 15 werden die einzelnen Stoffe, wie eben der Fettsäuremethylester, abgezogen.

10

15

20

Natürlich können die verschiedensten Verdampfer Anwendung finden. So können beispielsweise Fallfilmverdampfer, Dünnschichtverdampfer, Rotationsfilmverdampfer od. dgl. Verwendung finden. Darüber hinaus umfaßt die Destilliereinrichtung 15 auch eine fraktionierte Kondensation. Durch die Ausbildung der Destilliereinrichtung 15 kann der Reinheitsgrad des Fettsäuremethylesters beeinflußt werden.

Die nicht umgeesterten Anteile werden separiert und in einer Scheideeinrichtung 19, die über eine Leitung 20 mit der Destilliereinrichtung 15 verbunden ist, gesammelt. Zum Einbringen dieser Anteile in die Scheideeinrichtung 19 ist in der Leitung 20 eine Pumpe 21 vorgesehen. In der Scheideeinrichtung 19 werden diese Anteile analysiert und entsprechend weiterverarbeitet. Gegebenenfalls wird ein Teil des nicht umgeesterten Anteiles über die Leitung 22, die eine Pumpe 23 aufweist, wieder den Fetten vor der Reaktionsstrecke 8 zugeführt. Bestimmte Anteile werden aus der Scheideeinrichtung 19 über eine Ausbringvorrichtung 24 abgezogen.

25

30

Gemäß der Fig.2 beinhaltet der Behälter 1 wieder höhere, gesättigte und ungesättigte

Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs. Ferner ist auch wieder ein

Vorratsbehälter 2 für eine starke Lauge, insbesondere für eine Kalilauge, und ein
weiterer Vorratsbehälter 3 für den Alkohol, insbesondere für Methanol vorgesehen. Die
Lauge wird in Alkohol gelöst, wobei dieser Vorgang im Mischbehälter 4 erfolgt. Zur

Mischung der Lauge im Alkohol ist im Mischbehälter 4 ein Mischer 5 angeordnet. In den Zuleitungen 6 der Vorratsbehälter 2, 3 sind entsprechende Steuerventile 7 vorgesehen. Der Behälter 1 mit den Fetten und der Mischbehälter 4 sind über Verbindungsrohre 9 bzw. 10 mit der Umesterungsstrecke 8 verbunden. In den Verbindungsrohren 9 bzw. 10 sind weitere Steuerventile 7 angeordnet und zum Einbringen der Fette bzw. der Lösung in die Umesterungsstrecke 8 ist eine Hochdruckpumpe 11 vorgesehen.

Die Umesterungs- bzw. Reaktionsstrecke 8 besteht aus einem dynamischen Emulgator
25, der in diesem Fall aus einem gewendeldeten Rohr 26 gebildet ist, das mit
verschieden großen Kugeln gefüllt ist. In dem Rohr 26 können auch wieder weitere
Einbauten, wie Leitbleche, Propeller, Widerstandskörper od. dgl. angeordnet sein. Der
Emulgator 25 verwirbelt die vom Dreifachester zum Einfachester umzuesternde
Flüssigkeit durch hohe bzw. starke Turbulenzen. Dadurch werden die
Phasengrenzflächen sehr stark vergrößert. Dies erfolgt dadurch, daß die Tropfengröße
der umzuesternden Flüssigkeit durch die Turbulenzen stark verkleinert werden und so
die Oberfläche stark vergrößert wird. Da die Umesterung eine Grenzflächenreaktion ist,
wird durch die vergrößerte Oberfläche die Reaktionsgeschwindigkeit entsprechend
erhöht, so daß sich das chemische Gleichgewicht sehr rasch einstellt.

20

25

30

Statt des dynamischer Emulgator 25 könnte auch ein Spaltemulgator oder ein Turbulator bzw. eine Mischform von Spaltemulgator und Turbulator oder auch ein Kavitationsemulgator vorgesehen sein. Natürlich wäre es auch denkbar zwei oder mehrere Emulgatoren in Serie oder parallel vorzusehen. Die Vergrößerung der Phasengrenzflächen könnte aber auch über Ultraschall erfolgen. Es ist daher durchaus denkbar, daß die Reaktionsstrecke mit einem Ultraschallgerät versehen wird.

अध्यक्षित्र के स्वर्थन के अपने के स्वर्थन के प्रशासन के लिए है। जा कि स्वर्थन के स्वर्थन के स्वर्थन के स्वर्थन

Um nun die Reaktionszeit noch weiter zu beeinflussen, wird der Prozeßablauf bei bestimmten Temperaturen, beispielsweise 40-70° C, durchgeführt bzw. beginnt der Prozeßablauf mit hohem Druck, der vorzugsweise im Zuge des Prozesses abgebaut

wird. Es könnte aber auch ein Temperaturbereich gewählt werden, in dem das überschüssige Methanol in einem Entspannungsreaktor verdampft und durch diesen Schritt der Methylester methanolfrei gemacht wird.

- Die sich im chemischen Gleichgewicht befindliche Flüssigkeit wird über eine Leitung 17 einer Einrichtung 27 zum Trennen der Phasen der Mischung zugeführt.

  Gegebenenfalls kann vor der Einrichtung 27 in der Leitung 17 eine Einrichtung 28 zur Anzeige des Druckes vorgesehen werden.
- Die Einrichtung 27 besteht mindestens aus einer Filtrationseinrichtung 29. Entsprechend der Ausbildung der Einrichtung 27 werden die einzelnen Phasen, wie eben der Fettsäuremethylester, abgetrennt und an der Ausbringstelle 30 abgezogen. Die Glycerin-Phase kann an der Ausbringstelle 31 zu ihrer weiteren Verwendung entnommen werden.
- Durch die Ausbildung der Filtrationseinrichtung 29 kann der Reinheitsgrad des Fettsäuremethylesters beeinflußt werden. Natürlich könnte auch der Fettsäuremethylester in einer nachgeschalteten Einrichtung zur Reinigung 32 weiterbehandelt werden. Ebenso ist es denkbar, daß die Filtrationseinrichtung 29 ein Molekularsiebfilter umfaßt.

20

30

Die Filtrationseinrichtung 29 ist ein Oberflächenfilter, das in Membrantechnologie hergestellt ist und aus einem porösen Trägerkörper, beispielsweise aus Aluminiumoxid, der als Rohr ausgebildet ist und einer auf den Trägerkörper aufgebrachten Schicht, beispielsweise eine Titandioxidschicht, besteht. Die Schicht kann amphotere

25 Eigenschaften aufweisen, wobei die Porengröße im Nanobereich liegt.

Die nicht umgeesterten Anteile werden separiert und in einer Scheideeinrichtung 19, die über eine Leitung 20 mit der Destilliereinrichtung 15 verbunden ist, gesammelt. Zum Einbringen dieser Anteile in die Scheideeinrichtung 19 ist in der Leitung 20 eine Pumpe 21 vorgesehen. In der Scheideeinrichtung 19 werden diese Anteile analysiert und

an elektrone i s<u>om</u>ne en elektrik be

entsprechend weiterverarbeitet. Gegebenenfalls wird ein Teil des nicht umgeesterten Anteiles über die Leitung 22, die eine Pumpe 23 aufweist, wieder den Fetten vor der Reaktionsstrecke 8 zugeführt. Bestimmte Anteile werden aus der Scheideeinrichtung 19 über eine Ausbringvorrichtung 24 abgezogen.

5

÷.

Abschließend sei der Ordnung halber darauf hingewiesen, daß in der Zeichnung einzelne Bauteile und Baugruppen zum besseren Verständnis der Erfindung unpropotional und maßstäblich verzerrt dargestellt sind.

- Es können auch einzelne Merkmale des Ausführungsbeispieles mit anderen Einzelmerkmalen oder jeweils für sich alleine den Gegenstand von eigenständigen Erfindungen bilden. Vor allem können die einzelnen in der Fig. gezeigten Ausführungen den Gegenstand von eigenständigen erfindungsgemäßen Lösungen bilden. Die diesbezüglichen erfindungsgemäßen Aufgaben und Lösungen sind den detaillierten
- 15 Beschreibungen dieser Figuren zu entnehmen.

#### **PATENTANSPRÜCHE**

1. Verfahren zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere Dieselkraftstoff

für Fahrzeuge, wobei höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs mit einer Lösung von starken Laugen, insbesondere Kalilauge, in Alkohol, insbesondere in Methanol, versetzt werden und die beiden Komponenten in einer Reaktionsstrecke durch Emulgierung der Mischung über eine Grenzflächenreaktion, wobei die Fette in Fettsäuremethylester umgeestert werden,
 ihren chemischen Gleichgewichtszustand erreichen und nach Erreichen des Gleichgewichtszustandes die Rückstände, wie Triglyceride, Glycerin, Seife, nicht umgeesterte Fette u. dgl., vom Fettsäuremethylester getrennt werden, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) die Phasengrenzflächen der Mischung durch hohe bzw. starke, dynamische Turbulenzen vergrößert werden.

15

- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch physikalische Kräfte, beispielsweise mechanische Scherkräfte erzeugt, werden.
- Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch einen Spaltemulsionsvorgang erzeugt werden.
- Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet,
   daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch dynamische
   Emulgierung, beispielsweise über einen Turbulator, erzeugt werden.
  - Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch Kavitationsemulgation erzeugt werden.

- 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die großen Phasengrenzflächen durch Ultraschall erzeugt werden.
- 7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Umesterung unter hohem Druck durchgeführt wird.
  - 8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Umesterung unter hohem Druck beginnt und der Druck während der Umesterung abgebaut wird.

10

5

- Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung der Phasen des Emulgates auf physikalischem Weg durchgeführt wird.
- 15 10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Trennung der Phasen des Emulgates eine Reinigung (32) des Fettsäuremethylesters durchgeführt wird.
- 11. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet,
   daß die Trennung der Phasen des Emulgates unter Ausnützung der
   Oberflächenkräfte, insbesondere über eine Filtration durchgeführt wird.
  - 12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung der Phasen des Emulgates über eine mehrstufige Filtration durchgeführt wird.
    - 13. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß zur Filtrierung Filter aus der Membrantechnologie, beispielsweise aus dem Ultra- und/oder Nano- und/oder Mikrobereich, eingesetzt werden.

14. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß lipophile und/oder hydrophile und/oder amphotere Filter eingesetzt werden.

- 15. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung der Phasen des Emulgates auf chemischem Weg durchgeführt wird.
  - 16. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß nach Einstellung des Gleichgewichtes, gegebenenfalls nach der Trennung der Phasen des Emulgates, eine mehrstufige Destillation durchgeführt wird.
  - 17. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die mehrstufige Destillation mindestens eine Vakuumdestillation umfaßt.
- 15 18. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine Fallfilmverdampfung umfaßt.
- 19. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet,
   20 daß die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine
   Dünnschichtverdampfung umfaßt.
  - 20. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß die mehrstufige Destillation eine fraktionierte Kondensation umfaßt.
  - 21. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß die nicht umgeesterten Anteile separiert und vor der Reaktionsstrecke (8) den Fetten wieder zugeführt werden.

25

5

22. Anlage zur Durchführung des Verfahrens nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Behälter (1) für die Fette sowie je ein Vorratsbehälter (2,3) für die starke Lauge und für den Alkohol bzw. mindestens ein Mischbehälter (4) für deren Lösung vorgesehen sind und mindestens der Behälter (1) und der Mischbehälter (4) mit der Reaktionsstrecke (8) verbunden sind und daß der Reaktionsstrecke (8) eine Einrichtung (27) zur Trennung der Phasen des Emulgates nachgeschaltet ist.

5

15

20

- 23. Anlage nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionsstrecke aus einem Statikmixer besteht.
  - 24. Anlage nach Anspruch 22 oder 23, dadurch gekennzeichnet, daß der Statikmixer, vorzugsweise ein mit verschieden großen Kugeln gefülltes Rohr (26) und/oder gegebenenfalls Einbauten wie Leitbleche, Propeller, Widerstandskörper, od. dgl. aufweist.
  - 25. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) ein dynamischer Emulgator (25) vorgesehen ist.
  - 26. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator (25) ein Spaltemulgator ist.

Control of the Control

المالية والمراكب والمراكب والمنافع فيتنا والمنافع والمناف

- 27. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 26, dadurch gekennzeichnet,
   daß in der Reaktionsstrecke (8) ein Turbulator vorgesehen ist.
  - 28. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) eine Mischform eines Spaltemulgators und eines Turbulators vorgesehen ist, die beispielsweise aus zwei sich relativ zueinander

5

\$<sup>2</sup>.

20

bewegender Scheiben besteht und die Zuführung des Emulgates mittig einer Scheibe erfolgt.

- 29. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 28, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) ein Kavitationsemulgator vorgesehen ist.
  - 30. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 29, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) ein Ultraschallgerät vorgesehen ist.
- 31. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 30, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung (27) zum Trennen der Phasen des Emulgates eine Filtrationseinrichtung (29) ist.
- 32. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 31, dadurch gekennzeichnet,
   daß als Filtrationseinrichtung (29) ein Oberflächenfilter in Membrantechnologie vorgesehen ist.
  - 33. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 32, dadurch gekennzeichnet, daß der Oberflächenfilter aus einem porösen Trägerkörper und einer auf diesen Trägerkörper aufgebrachten Schicht, die als Membran wirkt, besteht.
  - 34. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 33, dadurch gekennzeichnet, daß der Trägerkörper als Rohr ausgebildet ist.
- 35. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 34, dadurch gekennzeichnet, daß der Trägerkörper beispielsweise aus Aluminiumoxid, porösem Glas oder Silikaten besteht.

- 36. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 35, dadurch gekennzeichnet, daß die als Membran wirkende Schicht lipophile und/oder hydrophile und /oder amphotere Eigenschaften aufweist.
- 5 37. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 36, dadurch gekennzeichnet, daß die als Membran wirkende Schicht eine Keramikmembran ist, die beispielsweise aus Titandioxid, Zirkondioxid, o. dgl. besteht.
- 38. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 37, dadurch gekennzeichnet,
   daß die als Membran wirkende Schicht Poren im Nano- und/oder Mikrobereich,
   insbesondere mit einer Größe von 5-200 nm, aufweist.
  - 39. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 38, dadurch gekennzeichnet, daß die Filtrationseinrichtung (29) ein Molekularsiebfilter bzw. eine Molekularsiebmembran ist bzw. umfaßt.
  - 40. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 39, dadurch gekennzeichnet, daß die Filtrationseinrichtung (29) mehrstufig ausgebildet ist.
- 41. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 40, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktionsstrecke (8), gegebenenfalls nach der Einrichtung zur Trennung der Phasen, eine Destilliereinrichtung (15) bestehend aus mindestens einem Verdampfer und einem Kondensator nachgeschaltet ist.
- 42. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 41, dadurch gekennzeichnet, daß als Verdampfer ein Fallfilmverdampfer vorgesehen ist.
  - 43. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 42, dadurch gekennzeichnet, daß als Verdampfer ein Dünnschichtverdampfer vorgesehen ist.

25 WO 99/26913

44. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 43, dadurch gekennzeichnet, daß als Verdampfer ein Rotationsfilmverdampfer vorgesehen ist.

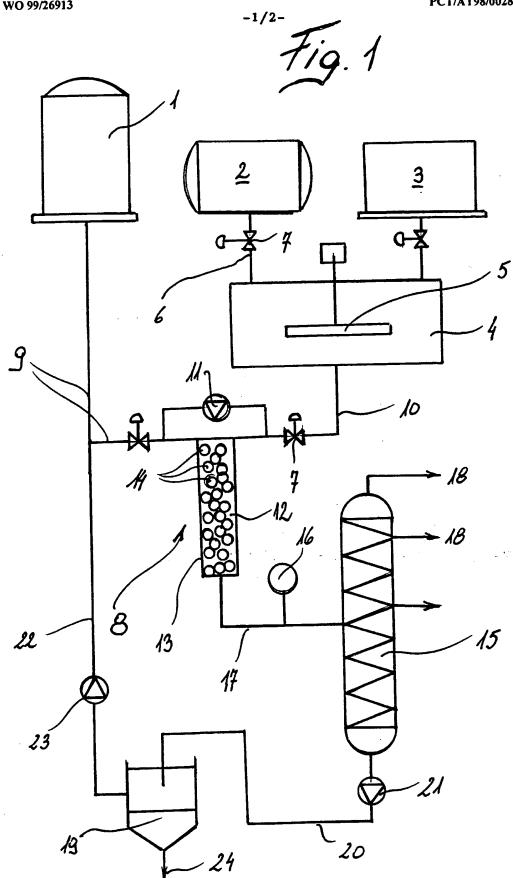
PCT/AT98/00284

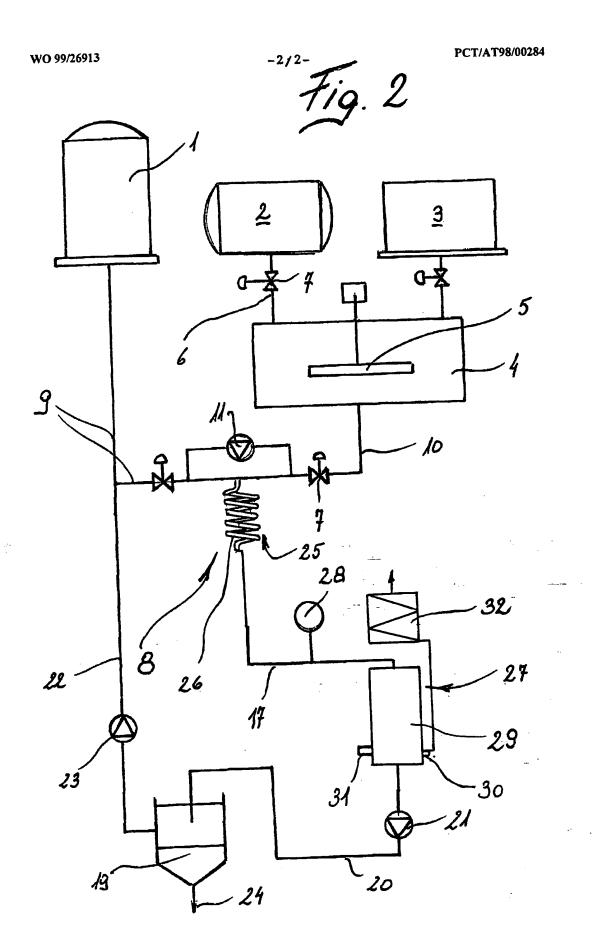
- 45. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 44, dadurch gekennzeichnet, daß Destilliereinrichtung (15) eine Scheideeinrichtung (19) nachgeschaltet ist.
  - 46. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 45, dadurch gekennzeichnet, daß der Einrichtung (27) zum Trennen der Phasen des Emulgates eine Scheideeinrichtung (19) nachgeschaltet ist.

10

5

- 47. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 46, dadurch gekennzeichnet, daß die Scheideeinrichtung (19) mit der Verbindungsleitung (9) vom Behälter (1) der Fette zur Reaktionsstrecke (8) verbunden ist.
- 48. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 47, dadurch gekennzeichnet, daß zum Einbringen der Flüssigkeit in die Reaktionsstrecke (8) eine Pumpe (11), insbesondere eine Hochdruckpumpe vorgesehen ist.
- 49. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 48, dadurch gekennzeichnet,
   daß das überschüssige Methanol in einem Entspannungsreaktor verdampft.





#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte onal Application No PCT/AT 98/00284

A. CLASSIF IPC 6	FICATION OF SUBJECT MATTER C07C67/03 C07C69/52 B01J19/00		
According to B. FIELDS	International Patent Classification (IPC) or to both national classification	on and IPC	<del></del>
	SEARCHED cumentation searched (classification system followed by classification	symbols)	
IPC 6	CO7C B01J		
Documentat	on searched other than minimum documentation to the extent that suc	h documents are included in the fields sea	rched
	West desired to the second	and where practical accret terms used	
Electronic da	ata base consulted during the international search (name of data base	and, where practical search terms used)	
0.0001114	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevi	ant passages	Relevant to claim No.
Oulegory	Oldron of document, manufacture, manufacture,		
Α	EP 0 523 767 A (METALLGESELLSCHAFT	A.G.)	1
	20 January 1993	no 3F	
	see page 2, column 1, line 10 - li see page 4, column 5 - column 6; c		
	see figure		
	 UO 02 00269 A (VOCEL & NOOT		1
A	WO 92 00268 A (VOGEL & NOOT INDUSTRIEANLAGENBAU GESELLSCHFT M.	B.H.)	1
	9 January 1992		
	see page 10 - page 11; claims		
A	EP 0 041 204 A (HENKEL		1
	KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN)	¥	
	9 December 1981 see page 3, line 6 - line 19		
	see page 4, line 4 - line 33		
	see page 9 - page 10; claims	·	- , <u>-</u>
	see figure 1		-
	·		
Furt	her documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed in	n annex.
° Special ca	ategories of cited documents:	" later document published after the inter	
	ent defining the general state of the art which is not tered to be of particular relevance	or priority date and not in conflict with t cited to understand the principle or the	
1	document but published on or after the international	invention  (" document of particular relevance; the cl	
"L" docume	ant which may throw doubts on priority claim(s) or	cannot be considered novel or cannot involve an inventive step when the doc	turnent is taken alone
citatio	n or other special reason (as specified)	Y" document of particular relevance; the cl cannot be considered to involve an inv document is combined with one or more	entive step when the
other	ent referring to an oral disclosure, use, exhibition or means	ments, such combination being obviou in the art.	
	ent published prior to the international filing date but han the priority date claimed	&" document member of the same patent f	amily
Date of the	actual completion of the international search	Date of mailing of the international sea	rch report
2	2 February 1999	08/03/1999	
Name and	mailing address of the ISA	Authorized officer	
	European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tol. (21-70) 340-2040 Tv. 31 651 epo pl		
	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Kinzinger, J	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. ional Application No PCT/AT 98/00284

Patent doo cited in sear		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
EP 5237	57 A	20-01-1993	DE	4123928	Α	21-01-1993
			AT	131469	T	15-12-1995
			DE	59204655	D	25-01-1996
			DK	523767	T	29-01-1996
•			ES	2083068	T	01-04-1996
WO 9200	268 A	09-01-1992	AT	394374	В	25-03-1992
			AT	138690	Α	15-09-1991
			AU	641525	В	23-09-1993
			AU	8074291	A	23-01-1992
			BG	60163	Α	<b>15-11-199</b> 3
			CA	2065306	Α	30-12-1991
			CS	9200587	Α	14-10-1992
			EP	0489883	Α	17-06-1992
			HU	209912	В	28-11-1994
			RU	2058298	С	20-04-1996
			US	5399731	Α	21-03-1995
EP 4120	4 A	09-12-1981	DE	3020566	A	10-12-1981
			JP	1014901		14-03-1989
			JP	1531665	С	24-11-1989
			JP	57024327	Α	08-02-1982

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Into ionales Aktenzeichen PCT/AT 98/00284

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 6 C07C67/03 C07C69/52 B01J19/00					
	ernationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klass	sifikation und der IPK			
	RCHIERTE GEBIETE ter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbol	e)			
IPK 6	C07C B01J	,			
Recherchier	te aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, sow	veit diese unter die recherchierten Gebiete	fallen		
Während de	r Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Na	ime der Datenbank und evtl. verwendete S	Suchbegriffe)		
	· .				
C. ALS WE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN				
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe	der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.		
Α	EP 0 523 767 A (METALLGESELLSCHAF	T A.G.)	1		
	20. Januar 1993		_		
	siehe Seite 2, Spalte 1, Zeile 10 35	- Zeile			
	siehe Seite 4, Spalte 5 - Spalte	6;			
	Ansprüche				
	siehe Abbildung				
Α	WO 92 00268 A (VOGEL & NOOT	D !! )	1		
	INDUSTRIEANLAGENBAU GESELLSCHFT M 9. Januar 1992	.B.H.)			
	siehe Seite 10 - Seite 11; Ansprü	che			
<b>.</b>	<del></del>	/			
		/			
	· ·				
	tere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu lehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie			
1	e Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : ntlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert,	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem oder dem Prioritätsdatum veröffentlich	t worden ist und mit der		
abern	iicht als besondere bedeutsam anzusehen ist Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen	Anmeldung nicht kollidiert, sondern nu Erfindung zugrundellegenden Prinzips Theorie angegeben ist			
Anme		"X" Veröffentlichung von besonderer Bedet kann allein aufgrund dieser Veröffentlic	tung; die beanspruchte Erfindung chung nicht als neu oder auf		
scheir ander	nen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer en im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden .	erfinderischer Tätigkeit beruhend betra	ichtet werden		
ausge	ser die aus einem anderen beschderen Grund angegeben ist (wie rührt)	kann nicht als auf erfinderischer Tätigk werden, wenn die Veröffentlichung mit	einer oder mehreren anderen		
eine 8	antilchung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht antilchung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach	Veröffentlichungen dieser Kategorie in diese Verbindung für einen Fachmann	naheliegend ist		
dem b	peanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselber  Absendedatum des internationalen Re			
Dailum des	Abschlusses der internationalen Recherche	Appendedation des internationalen Ae	en e		
2	2. Februar 1999	08/03/1999			
Name und	Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2	Bevollmächtigter Bediensteter	··		
	Europaisches Patentarm, P.B. 3616 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,	Vinzincon 1			
1	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016 Kinzinger, J				

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Into onales Aktenzeichen
PCT/AT 98/00284

Kategorie*	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN  Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 041 204 A (HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN) 9. Dezember 1981 siehe Seite 3, Zeile 6 - Zeile 19 siehe Seite 4, Zeile 4 - Zeile 33 siehe Seite 9 - Seite 10; Ansprüche siehe Abbildung 1	1
	· ·	
:		

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inte naies Aktenzeichen
PCT/AT 98/00284

	echerchenberich rtes Patentdoku		Datum der Veröffentlichung		itglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP	523767	A	20-01-1993	DE AT DE DK ES	4123928 A 131469 T 59204655 D 523767 T 2083068 T	21-01-1993 15-12-1995 25-01-1996 29-01-1996 01-04-1996
WO	9200268	A	09-01-1992	AT AU AU BG CA CS EP HU RU US	394374 B 138690 A 641525 B 8074291 A 60163 A 2065306 A 9200587 A 0489883 A 209912 B 2058298 C 5399731 A	25-03-1992 15-09-1991 23-09-1993 23-01-1992 15-11-1993 30-12-1991 14-10-1992 17-06-1992 28-11-1994 20-04-1996 21-03-1995
EP	41204	A	09-12-1981	DE JP JP JP	3020566 A 1014901 B 1531665 C 57024327 A	10-12-1981 14-03-1989 24-11-1989 08-02-1982